



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2012107942/28, 01.03.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
01.03.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 01.03.2012

(45) Опубликовано: 20.10.2013 Бюл. № 29

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2049990 C1, 10.12.1995. RU 2293965 C1, 20.02.2007. JP 2002257762 A, 11.09.2002. CN 101139651 A, 12.03.2008.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,  
центр интеллектуальной собственности, Т.В.  
Маркс

(72) Автор(ы):

Демаков Сергей Леонидович (RU),  
Логинов Юрий Николаевич (RU),  
Илларионов Анатолий Геннадьевич (RU),  
Иванова Мария Александровна (RU),  
Степанов Степан Игоревич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

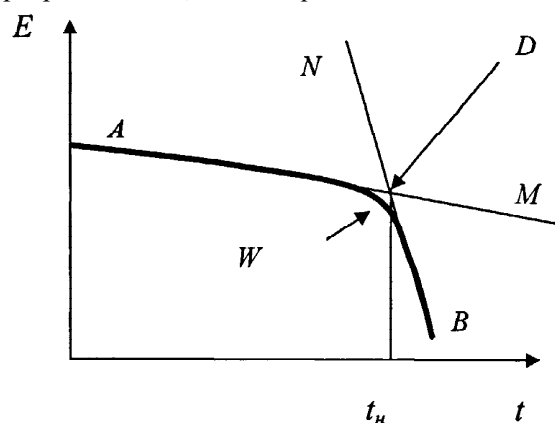
Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
профессионального образования  
"Уральский федеральный университет имени  
первого Президента России Б.Н. Ельцина"  
(RU)

**(54) СПОСОБ ИЗУЧЕНИЯ ПЕРВИЧНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ**

(57) Реферат:

Использование: для изучения первичной рекристаллизации. Сущность: заключается в том, что осуществляют нагартровку образца и повышение его температуры до температуры прохождения рекристаллизации, при этом к образцу прикладывают постоянную нагрузку, приводящую к упругой деформации, а при повышении температуры фиксируют изменение модуля упругости, находят на зависимости изменения модуля упругости в функции температуры зону повышения градиента модуля упругости, продолжают линию, предшествующую началу зоны смены градиентов модуля упругости, продолжают линию после завершения зоны смены градиентов модуля упругости до пересечения с линией, предшествующей зоне смены градиентов модуля упругости, и идентифицируют абсциссу этой точки с

температурой начала рекристаллизации. Технический результат: обеспечение возможности нахождения температуры начала рекристаллизации. 1 з.п. ф-лы, 6 ил.



Фиг.3



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2012107942/28, 01.03.2012**(24) Effective date for property rights:  
**01.03.2012**

Priority:

(22) Date of filing: **01.03.2012**(45) Date of publication: **20.10.2013 Bull. 29**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU,  
tsentr intellektual'noj sobstvennosti, T.V. Marks**

(72) Inventor(s):

**Demakov Sergej Leonidovich (RU),  
Loginov Jurij Nikolaevich (RU),  
Illarionov Anatolij Gennad'evich (RU),  
Ivanova Marija Aleksandrovna (RU),  
Stepanov Stepan Igorevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe  
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego  
professional'nogo obrazovanija "Ural'skij  
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta  
Rossii B.N. El'tsina" (RU)****(54) METHOD OF PRIMARY RECRYSTALLISATION STUDY**

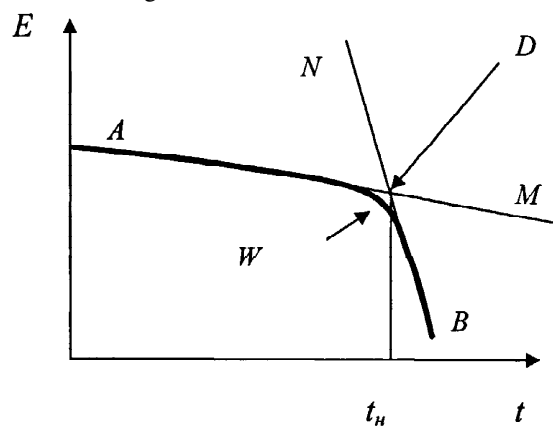
(57) Abstract:

FIELD: machine building.

SUBSTANCE: according to the method sample is hardened and its temperature is increased to temperature of recrystallisation, steady load is applied to the sample resulting in elastic deformation, and when temperature is increased change of elasticity modulus is recorded, zone of elasticity modulus gradient increase is found based on dependence of elasticity modulus change in temperature function, line preceding the beginning of zone of elasticity modulus gradient change is extended, line is extended after the end of zone of elasticity modulus gradient change to cross over with the line preceding zone of elasticity modulus gradient change, and absciss of this point is identified with temperature of recrystallisation beginning.

EFFECT: providing possibility of detecting temperature of recrystallisation beginning.

2 cl, 6 dwg



Фиг.3

Предлагаемый способ относится к области физики, а точнее к методам определения физическими методами температуры начала рекристаллизации металлов и может быть применен в лабораториях металлургических предприятий и исследовательских учреждений.

Из уровня техники известен способ определения параметров рекристаллизации (патент RU 2293965. Способ определения начальной степени рекристаллизации / Л.П. Карпов. Заявитель Федеральное государственное унитарное предприятие "Комбинат "Электрохимприбор" МПК G01N 3/32. Заявл. 16.09.2005. Оpubл. 20.02.2007). Способ направлен на определение начальной степени рекристаллизации и заключается в том, что при увеличении микроскопа 900-1000 обнаруживают округлые зерна и определяют потерю микротвердости волокон в местах скопления этих зерен. Применяя способ, можно зафиксировать место и время возникновения рекристаллизации в заготовке, но невозможно определить температуру начала рекристаллизации.

Известен также способ изучения скорости рекристаллизации (патент KR 20040090664. Apparatus and method for measuring re-crystallization rate / Hamada Naoya; Hong Sun Taek; Ju Ung Yong. Заявитель NIPPON STEEL CORP. МПК G01N 29/04; G01N 29/12; G01N 29/44. Заявл. 18.04.2003. Оpubл. 26.10.2004). Авторы изобретения предложили применить акустический ультразвуковой метод, при этом за счет измерения частоты колебаний измеряется скорость прохождения рекристаллизации. Однако в методе не рассматривается возможность определения температуры начала рекристаллизации.

Известен метод изучения рекристаллизации, включающий нагартровку образца и повышение его температуры с проведением дифференциальной сканирующей калориметрии или измерением микротвердости (Benchabane G., Boumerzoug Z., Thibon I., Gloriant T. Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness. Materials characterization. 2008. V.59. P.1425-1428).

Известен также способ измерения температуры рекристаллизации для высокочистого золота (патент JP 2002257762. Measuring method for recrystallization temperature of high purity gold / Aoki Akiyo; Hiragori Shinichi; Tsugita Yasuhiro. Заявитель SUMITOMO METAL MINING CO. МПК G01N 25/20. Заявл. 05.03.2001. Оpubл. 11.09.2002). Способ состоит в том, что заготовку подвергают относительному обжатию выше 90% и проводят термический анализ. Пик экзотермической температуры указывает на достижение температуры рекристаллизации. Упомянутые способы измерений требуют применения сложного оборудования для калориметрических исследований.

Известен также способ определения полноты прохождения рекристаллизации, описанный в стандарте ГОСТ 28515-97 (Медь. Метод испытания проб на удлинение спирали. Введ. 01.07.1998). Аналогичные стандарты приняты в других странах, например это стандарт США ASTM B 49 (Standard Specification for Copper Rod Drawing Stock for Electrical Purposes). Способ включает нагартровку проволоки, навивание из нее спирали, нагрев до фиксированной температуры 200°C, нагружение спирали нагрузкой, приводящей к пластической деформации спирали и измерение удлинения спирали. По величине удлинения спирали делают вывод о полноте прохождения процессов рекристаллизации. Недостатком способа является возможность только качественного определения прохождения или не прохождения рекристаллизации при заданной температуре испытаний 200°C. Саму температуру начала рекристаллизации определить не удастся.

Широкий обзор методов исследования рекристаллизации представлен в книге Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов, 2 изд. М.: Металлургия. 1978. 568

с. В этом источнике некоторые из известных методов подвергнуты критике вследствие некорректности получаемых результатов.

Наиболее близким по совокупности существенных признаков к заявляемому объекту является способ изучения первичной рекристаллизации (патент RU 2049990. 5 Способ рентгеноструктурного исследования первичной рекристаллизации / О.К. Колеров, А.Н. Логвинов, В.И. Трегуб. Заявитель Самарский государственный аэрокосмический университет. МПК G01N 23/20. Заявл. 21.01.1993. Оpubл. 10.12.1995).

В соответствии с прототипом способ изучения первичной рекристаллизации 10 включает нагартровку образца и повышение его температуры до температуры прохождения рекристаллизации. После достижения температурного интервала рекристаллизации образец рентгенографируют. Полученную в результате рентгенографии дифракционную картину интерпретируют в соответствии с 15 выявленными закономерностями между режимами обработки и длиной волны рентгеновского излучения, с одной стороны, и характеристиками зеренной структуры с другой. В отличие от металлографического способ является неразрушающим, применим к мелкозернистым сплавам после модифицирования, более информативен, позволяет определять параметры первичной рекристаллизации с более высокой 20 точностью и анализировать ее кинетику по толщине (0,1 100) мкм поверхностного слоя объекта.

Способ позволяет определить критическую степень деформации, приводящую при рекристаллизации к интенсивному росту зерна, ее определяют по минимуму 25 зависимости числа точечных рефлексов на интерференционных линиях рентгенограммы от степени деформации.

Недостатком способа является то, что он направлен на установление самого факта прохождения рекристаллизации и установлению критической степени деформации, но он не позволяет определить температуру начала рекристаллизации. Кроме того для 30 достижения результата здесь используется сложный и небезопасный рентгеновский метод исследования.

Технической задачей, поставленной перед настоящим техническим решением, является нахождение температуры начала рекристаллизации.

Предлагаемый способ изучения первичной рекристаллизации включает нагартровку 35 образца и повышение его температуры до температуры прохождения рекристаллизации. Нагартровку образца производят для создания центров будущей рекристаллизации. Повышение температуры предусмотрено для достижения температурного интервала рекристаллизации.

Способ отличается тем, что к образцу прикладывают постоянную нагрузку, 40 приводящую к упругой деформации, а при повышении температуры фиксируют изменение модуля упругости, находят на зависимости изменения модуля упругости в функции температуры зону повышения градиента модуля упругости, продолжают 45 линию, предшествующую началу зоны смены градиентов модуля упругости, продолжают линию после завершения зоны смены градиентов модуля упругости до пересечения с линией, предшествующей зоне смены градиентов модуля упругости и идентифицируют абсциссу этой точки с температурой начала рекристаллизации.

На фиг.1 изображена схема нагружения образца постоянной растягивающей силой 50 Р. На фиг.2 показана зависимость механических напряжений  $\sigma$  от степени деформации  $\epsilon$  с отображением углов наклона частей графиков, характеризующих упругое нагружение. На фиг.3 показана обобщенная зависимость модуля упругости от температуры испытаний. На фиг.4 приведены результаты испытаний медной

проволоки.

На фиг.5 приведено фото микроструктуры медной проволоки до наступления момента начала рекристаллизации, а на фото фиг.6 - после начала рекристаллизации.

Способ осуществляется следующим образом. Проводят нагартровку заготовки  
 5 одним из известных методов обработки давлением (прокаткой, волочением и др.). Далее в одном из видов механических испытаний, например растяжением (фиг.1), к образцу прикладывают постоянную нагрузку  $P$ , приводящую к упругой деформации. При повышении температуры  $t$  фиксируют изменение модуля упругости. Этот этап  
 10 можно выполнить построением диаграммы напряжение  $\sigma$  - степень деформации  $\epsilon$  (фиг.2). Здесь показано, что при низкой температуре получают график 1, расположенный выше графика 2, полученного при более высокой температуре. Графики отличаются также углами наклона линейных участков  $\alpha_1$  и  $\alpha_2$ . С помощью  
 15 этих углов определяют модули упругости:  $E_1 = \operatorname{tg} \alpha_1$  и  $E_2 = \operatorname{tg} \alpha_2$ . Модули упругости можно определить также с помощью приемов, описанных в стандарте ГОСТ 1497-84 (ИСО 6892-84). Металлы. Методы испытаний на растяжение. Для нахождения модуля упругости здесь применяют отношение приращения напряжения к приращению деформации.

При повышении температуры модуль упругости снижается. Это снижение показано на фиг.3, где изображен график зависимости модуля упругости  $E$  от температуры  $t$ . Из  
 20 графика видно, что линия графика АВ является линейно убывающей на начальном отрезке. Точка смены градиентов свидетельствует о том, что при этой температуре начались процессы изменения текстуры образца, что одновременно приводит к  
 25 резкому изменению модуля упругости. Модуль упругости меди в зависимости от ориентации текстурных ориентировок может изменяться от 78 ГПа для направления  $\langle 100 \rangle$  до 159 ГПа для направления  $\langle 111 \rangle$  (см. например, с.14 справочника Осинцев О.Е., Федоров В.Н. Медь и медные сплавы. Отечественные и зарубежные марки:  
 30 Справочник. М.: Машиностроение, 2004. 336 с. В зарубежных источниках информации приводятся несколько иные, но близкие к этим величины. При деформации меди, например, волочением, преобладающей ориентировкой становится  $\langle 111 \rangle$  с  
 характерным для нее высоким модулем упругости, как это показано выше. При отжиге эта ориентировка частично исчезает, что сопровождается довольно резким  
 35 снижением модуля упругости. Процент этого снижения зависит от уровня предварительно накопленной в процессе нагартровки деформации. Само снижение модуля упругости в этом случае будет говорить о прохождении процессов  
 рекристаллизации, так как изменение текстуры связано с процессом зарождения новых  
 40 зерен с иной кристаллографической ориентировкой.

На графике фиг.3 зависимости АВ изменения модуля упругости в функции температуры находят зону смены градиентов модуля упругости W и продолжают  
 45 линию, предшествующую началу зоны смены градиентов, получая линию АМ. Продолжают линию после завершения зоны W, получая линию ВN. Пересечение этой линии с линией АМ приводит к получению точки D. Определяют абсциссу этой точки, она равна температуре начала рекристаллизации  $t_H$ .

Однако, следует отметить, что стандартный способ в лабораторной практике не очень удобен, т.к. нагревать следует образец большой длины, поскольку от базы  
 50 измерений зависит точность определения модуля упругости. Поддержание точной и постоянной температуры образца на большой длине представляет собой трудную техническую задачу.

Предлагаемый способ может быть осуществлен за счет того, что приложение к

заготовке нагрузки, приводящей к упругой деформации с одновременным постепенным повышением температуры, фиксацию зависимости модуля упругости в функции повышения температуры осуществляют методом динамического механического анализа (ДМА). В этом способе свойства материала измеряются в процессе его периодической деформации с возможным нагревом металла. Приборы, реализующие принцип ДМА, выделены в отдельную группу исследовательской техники выделены в отдельную группу исследовательской техники и получили широкое распространение в изучении реологии пластических и упругих материалов (см. например, стандарт ASTM D 4065-95. Standard practice for determining and reporting dynamic mechanical properties of plastics).

Пример 1. В соответствии с предлагаемым способом образец в виде катанки диаметром 8 мм из меди марки М00 нагартывали многократным волочением до достижения диаметра 2,39 мм, при этом относительное обжатие составляет 91%.

Для определения модуля упругости металла использован метод динамического механического анализа, который был осуществлен на приборе DMA 242 С, выпускаемого немецкой компанией NETZSCH. Динамический механический анализ основан на измерении реакции образца при приложении к нему нагрузки. Образцы деформировали по схеме трехточечного изгиба. Расчет модуля упругости осуществлялся процессорным устройством прибора. В опыте отрезок проволоки помещали в установку DMA 242 С, нагружали постоянной нагрузкой, приводящей к упругой деформации и повышали температуру до температуры прохождения рекристаллизации.

При повышении температуры фиксировали изменение модуля упругости и получали зависимость модуля упругости в функции температуры (фиг.4, линия 1). На зависимости находили зону смены градиентов функции  $W_1$ , продолжали линию, предшествующую началу зоны смены градиентов, продолжали линию после завершения зоны смены градиентов до пересечения с линией, предшествующей зоне смены градиентов и определяли абсциссу этой точки, она оказалась равна 242°C. Эту точку можно считать точкой начала рекристаллизации, поскольку, как видно из графика, процесс продолжается дальше, он завершится при более высоких температурах.

Пример 2. В соответствии с предлагаемым способом образец в виде катанки диаметром 8 мм из меди марки М1 нагартывали многократным волочением до достижения диаметра 1,38 мм, при этом относительное обжатие составляет 97%. Действуя по схеме, изложенной в примере 1, получили зависимость модуля упругости в функции температуры (фиг.4, линия 2). После определения абсциссы характерной точки, выявили, что она равна 222°C. Понижение температуры начала рекристаллизации объясняется большей степенью деформации, приложенной к образцу на этапе нагартовки волочением.

Для подтверждения результатов испытаний изучена микроструктура проволоки до наступления и после наступления температуры начала рекристаллизации. Образцы продольных сечений проволоки подготовлены электрополировкой при температуре 3°C без дополнительного травления. Изображения микроструктур получены в растровом электронном микроскопе Auriga с помощью ионной пушки в ориентационном контрасте.

На фото фиг.5 при увеличении около  $\times 7000$  видна деформированная волокнистая структура проволоки диаметром 1,38 мм при скорости нагрева 20 град/мин до температуры 220 град с последующим резким охлаждением потоком холодного

газообразного азота. На рисунке не видно ощутимых признаков рекристаллизации.

На фото фиг.6 при том же увеличении приведена деформированная волокнистая структура проволоки диаметром 1,38 мм при скорости нагрева 20 град/мин до температуры 225°C с последующим резким охлаждением потоком холодного  
газообразного азота. Наблюдается появление отдельных рекристаллизованных зерен размером более 1 мкм (помеченных белыми стрелками), что свидетельствует о начале рекристаллизации. Тем самым показано, что температура начала рекристаллизации действительно может быть равна 222°C, поскольку она лежит в пределах 220...225°C.

Следует отметить, что параметры процесса рекристаллизации зависят от скорости нагрева металла (Бодяко М.Н., Астапчик С.А., Ярошевич Г.Б. Термокинетика рекристаллизации. Минск: Наука и техника, 1968. 252 с. С.93). Полученные данные соответствуют довольно высокой скорости нагрева 20 град/мин, которая часто реализуется в приставках совмещенного отжига волочильных установок. При меньших скоростях нагрева можно получить меньшие значения температуры начала рекристаллизации.

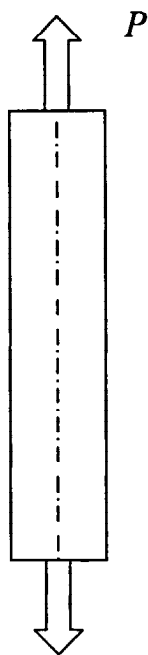
В способе по прототипу процесс рекристаллизации изучался на уровне определения критической степени деформации при рекристаллизации, он не направлен на нахождение температуры начала рекристаллизации, кроме того используемые в этом случае рентгеновские методы небезопасны по условиям труда и требуют применения сложного оборудования.

Технический результат предлагаемого решения заключается в нахождении температуры начала рекристаллизации.

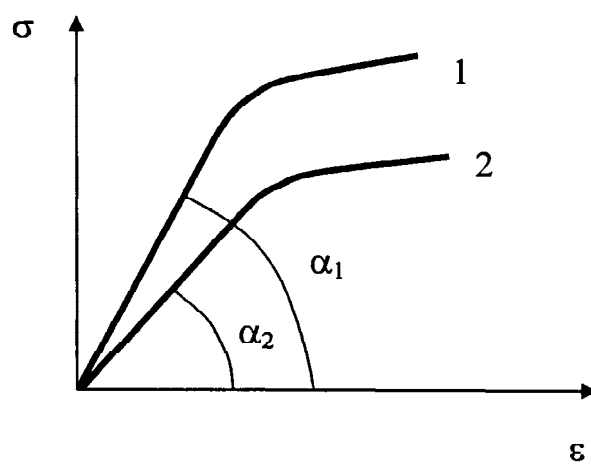
#### Формула изобретения

1. Способ изучения первичной рекристаллизации, включающий нагартровку образца и повышение его температуры до температуры прохождения рекристаллизации, отличающийся тем, что к образцу прикладывают постоянную нагрузку, приводящую к упругой деформации, а при повышении температуры фиксируют изменение модуля упругости, находят на зависимости изменения модуля упругости в функции температуры зону повышения градиента модуля упругости, продолжают линию, предшествующую началу зоны смены градиентов модуля упругости, продолжают линию после завершения зоны смены градиентов модуля упругости до пересечения с линией, предшествующей зоне смены градиентов модуля упругости, и идентифицируют абсциссу этой точки с температурой начала рекристаллизации.

2. Способ изучения первичной рекристаллизации по п.1, отличающийся тем, что приложение к заготовке нагрузки, приводящей к упругой деформации с одновременным постепенным повышением температуры, фиксацию зависимости модуля упругости в функции повышения температуры осуществляют методом динамическо-механического анализа.

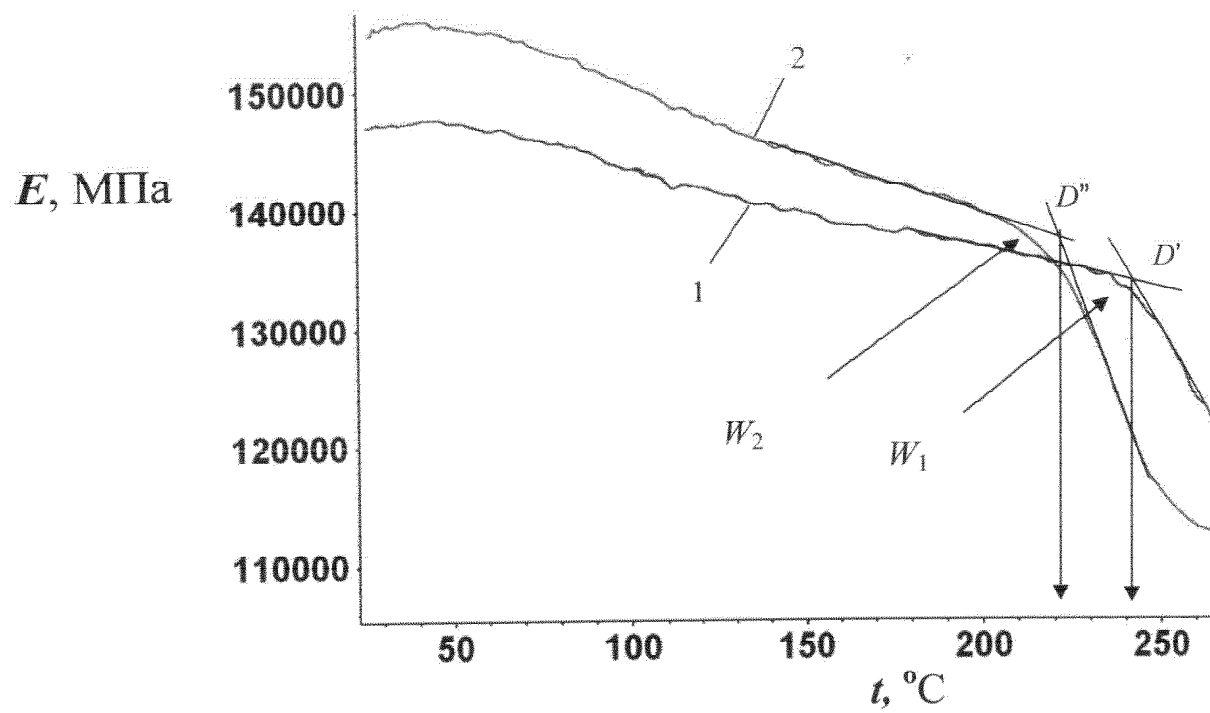


Фиг.1

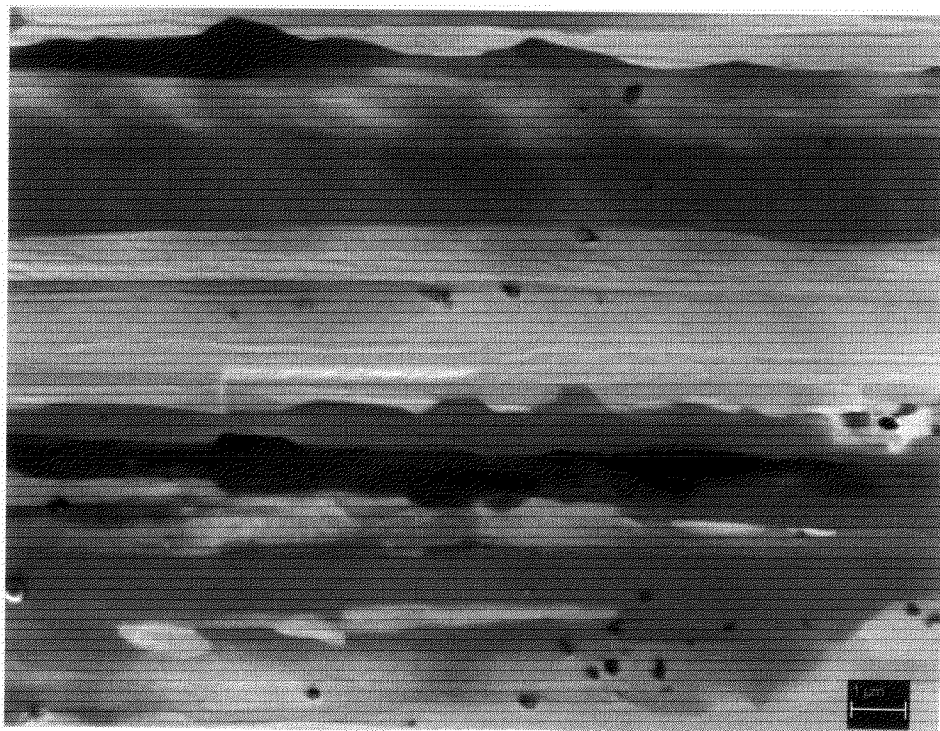


Фиг.2

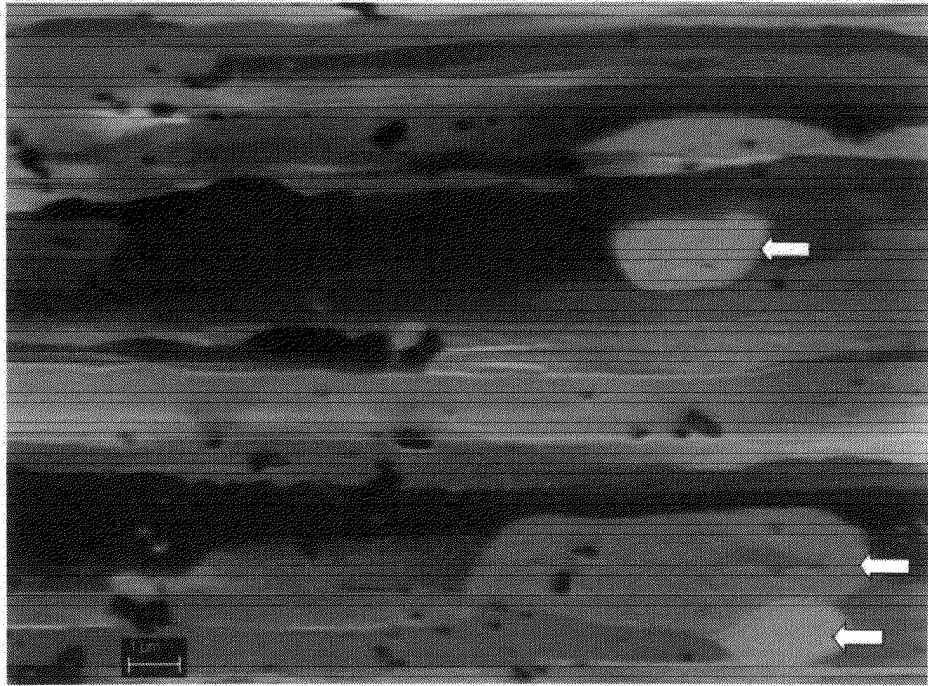




Фиг.4



Фиг.5



Фиг.6